

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-117126

登録有
1554545

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和61年(1986)6月4日

C 03 B 37/012

8216-4G

// C 03 B 20/00

7344-4G

G 02 B 6/00

S-7370-2H

審査請求 有 発明の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 光ファイバ用母材の製造方法

⑯ 特 願 昭59-237669

⑰ 出 願 昭59(1984)11月13日

⑱ 発 明 者 横 田 弘 横浜市戸塚区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

⑲ 発 明 者 田 中 豪 太 郎 横浜市戸塚区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

⑳ 発 明 者 金 森 弘 雄 横浜市戸塚区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

㉑ 発 明 者 水 谷 太 横浜市戸塚区田谷町1番地 住友電気工業株式会社横浜製作所内

㉒ 出 願 人 住友電気工業株式会社 大阪市東区北浜5丁目15番地

㉓ 代 理 人 弁理士 内 田 明 外1名

最終頁に続く

明 細 書

1 発明の名称

光ファイバ用母材の製造方法

2 特許請求の範囲

(1) ガラスロッドをコア材とし、該コア材より低屈折率を有するクラッド材の中に上記コア材を挿入して加熱することにより、上記コア材と上記クラッド材との間隙を中実化して光ファイバ用母材を製造する方法において、コア材を挿入されたクラッド材の一方の端部を融着密閉し、かつ該コア材と該クラッド材の間隙を少なくとも1種以上のハロゲンガスを含有する雰囲気とし、温度1900℃以上に加熱して中実化することを特徴とする光ファイバ用母材の製造方法。

3 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は低損失な光ファイバ用母材の製造方法に関する。

(従来の技術)

光ファイバ用母材の製造方法において、クラッド材となる管の中にクラッド材よりも高屈折率なコア用ガラスロッドを挿入し、加熱し、中実化して光ファイバ用母材を製造するロッドインチューブ法は代表的な製造方法として知られている。

しかし、この方法はコア材とクラッド材の界面に欠陥(気泡、不純物等)が残る易く、光ファイバとした時に、光損失が大きく現れるという欠点があつた。これを解決する方法として、特公昭59-6261、特公昭58-52935各号公報において、コア材とクラッド材との溶着・中実化前に、管とロッドとの間隙に気相処理剤を流し、コア材が変形しない温度500～1600℃の範囲にて加熱前処理する方法が提案されている。

(発明が解決しようとする問題点)

しかしながら上記各公報記載の方法により、光の波長1μm以上の領域で使用される長波長用シングルモードファイバを作製したところ、

OH基の含有量が大きく、1.2 μm 以上の長波長帯では1 dB/cm以下の低損失な値は到底得られない、という結果が得られた。

本発明者らが、上記各公報に記載される従来のプロセスを詳細に検討、研究したところ、OH基の汚染源は、コア用ロッド表面とクラッド材の内部表面に化学的吸着している水分、および加熱中実時のコア材とクラッド材の間の雰囲気中に含まれる水分であつて、これら水分が取り込まれ、光ファイバのコアとクラッド境界近傍にOH基を形成し、それが拡散することが判明した。

本発明の目的は、上述した従来法の欠点を除去し、長波長帯において低損失な光ファイバを得る改良されたロッドインチューブ法による光ファイバ用母材の製造方法を提供することである。

(問題点を解決するための手段)

すなわち本発明は、ガラスロッドをコア材とし、該コア材より低屈折率を有するクラッド材

の中に上記コア材を挿入して加熱することにより、上記コア材と上記クラッド材との間隙を中実化して光ファイバ用母材を製造する方法において、コア材を挿入されたクラッド材の一方の端部を融着密閉し、かつ該コア材と該クラッド材の間隙を少なくとも1種以上のハロゲンガスを含有する雰囲気とし、温度1900℃以上に加熱して中実化することを特徴とする光ファイバ用母材の製造方法である。

本発明の方法においては、1900℃以上の高温ハロゲンガス雰囲気中にて加熱されるため、従来法では不可欠であつた弗酸等を用いる超音波洗浄等のような特殊な前処理は要せず、したがつて製造プロセスは簡略化され、再現性良く低損失な光ファイバが得られるのみならず、製造コストが低減できる利点をも有している。

本発明方法に用いられるハロゲンガスとしては、例えばフッ素系ガス SF_6 、 CCl_2F_2 、 CF_4 、 SiF_4 、 NF_3 、 F_2 等あるいは塩素系ガス Cl_2 、 SOCl_2 等が挙げられる。

まれ難くなる。

次にクラッド用管12内のガスを塩素系ガス例えば Cl_2 、 SOCl_2 等に切換え、クラッド用管12内部にコア用ガラスロッド(コア材)13を挿入する。この時の塩素系ガス濃度は本発明者らの実験結果からは、3%以上、特に好ましくは10%以上とすることが有効であつた。またヘリウムガスを塩素系ガスと混合すると、管内に挿入されたコア材13の表面温度が上がりやすく、また、中実化時に気泡の残留が少なく有効であつた。

塩素系ガスをクラッド用管12とコア材13の間隙に流した状態で、管の一方の端を第1図(b)に示す如く、管を回転させながら加熱源18にて加熱し融着する。この時にバルブ17を融着寸前に開状態とし、クラッド用管12内の圧力が上昇しないようにする。

このようにクラッド用管12とコア材13の間隙に塩素系ガスを充填した状態で、回転する管12に沿つて加熱源18を移動させることに

以下に本発明の方法を具体的に説明する。

第1図(a)および(b)は本発明の実施態様を説明する図であつて、図中11はガラス旋盤、12はクラッド用管、13はコア材、14は支持材、15はガス導入ライン、16は回転コネクター、17はバルブ、18は加熱源、19は廃ガス処理装置をあらわす。

まず、クラッド用管12の管内壁表面を平滑にし、該表面に付着している不純物を除去するために、クラッド用管12内にフッ素系ガス例えば SF_6 、 CCl_2F_2 、 CF_4 、 SiF_4 、 NF_3 、 F_2 等を含有するガスライン15より導入し、加熱することにより、管の内表面をエッチングする。

この時にフッ素系ガスとして BF_3 、 PF_3 を用いることは、ガラス表面に B_2O_3 、 P_2O_5 として取り込まれ、長波長帯での吸収損失要因となるため、望ましくない。

さらにフッ素系ガスに Cl_2 、 SOCl_2 等の塩素系ガスを含有せしめておけば、ガス中に含まれる水分が、 HCl に変換され、ガラス内に取り込

より、上記間隙を中実化してゆく。

この時、ロッド表面の汚れ、ロッド挿入時に発生する管内壁上の接触きずおよびロッド表面に化学吸着されている水分を塩素系ガスにより除去するため、加熱温度を1900℃以上にすることが必要である。

中実化時・腐ガス処理装置19によつて減圧し、管13内の圧力を減圧することも可能であるが、減圧する際に、加熱温度が1900℃以下で中実化しないような圧力範囲に設定することが必要である。

さらに中実化時の塩素系ガス雰囲気、フッ素系ガス例えば SF_6 、 CCl_2F_2 、 CF_4 、 SiF_4 、 NF_3 、 F_2 等を添加しておいてもよい。このフッ素系ガスの添加により、フッ素による表面エッチが生じ、コア材表面の異物、不純物、接触きず等の除去効果を得られる。もし1900℃以下の低温にてフッ素系ガスを含む雰囲気にて加熱するならば、コア母材13の表面荒れ（すりガラス状）が生じ、散乱損失の要因となる。

の屈折率は、石英ガラスのそれより $\Delta n = 0.31\%$ 低かつた。

次に該石英管に、 SF_6 140 cc/分、 O_2 60 cc/分を流しながら、50 mm/分の移動速度にて移動する酸水素バーナにて、1970℃（石英管表面をパイロスコープで測定）に1回加熱し、次に石英管に導入するガスを、 SOCl_2 56 cc/分、 O_2 500 cc/分に切換えた後、外径1.4 mmφの純石英ガラスロッドを挿入した。この純石英ガラスロッドは、気相軸付法により作製されたもので、プラズマ炎にて延伸された後、大気中に保管され、特別な化学洗浄は何ら施されないうまま、上記石英管内に挿入された。

石英管の一方の端を酸水素バーナで密着封止し、ロッドと管の間隙を、 SOCl_2 と O_2 からなる雰囲気にて充填した後、酸水素バーナで2050℃に加熱し、10 mm/分の移動速度で中実化した。

得られたプリフォームを線引きし、伝送損失を評価したところ、波長1.3 μmにおいて、0.46

以上に、コア用ロッドとクラッド用管とを中実化して得られたプリフォームは、そのまま光ファイバ用母材として線引炉に送られてよいが、場合によれば、クラッド/コア径比の調整のために、さらに石英管あるいは、ドープされた石英管にてジャケットされた後、線引炉に送られ、光ファイバとされる。なお以上の説明ではフッ素系ガスによるエンチング後塩素系ガスを用いる場合について行つたが、塩素ガスのみ、塩素ガスと他のハロゲンガス例えばフッ素系ガス等を組合せたもの、或は他のハロゲンガス例えばフッ素系ガス等のみで行つても、効果が得られる。要するに、少なくとも1種以上のハロゲンガスを含む高温で温度1900℃以上に加熱し中実化すればよい。

（実施例）

実施例1

外径2.6 mmφ、長さ1000 mmの市販石英管に、内付OVD法により、 $\text{SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5\text{-F}$ 系ガラスを105回堆積させた。堆積したガラス膜

dB/mの低損失な値が得られた。

比較のために、上記と同様の作製方法において、中実化時のコアとクラッド材の間隙の雰囲気、 N_2 ガスで行つたところ、OH基の吸収損失は、波長1.24 μmにおいて3.5 dB/mと大きく、また伝送損失は波長1.3 μmにおいて、1.7 dB/mと高いものであつた。

実施例2

火炎加水分解法により作製した、フッ素添加された無水石英管（外径2.0 mmφ、長さ300 mm、 $\Delta n = 0.32\%$ ）に、 SF_6 180 cc/分、 O_2 ガス600 cc/分を流し、50 mm/分の移動速度にて移動する酸水素バーナで温度1930℃に3回加熱した後、管内に導入するガスを Cl_2 ガス600 cc/分、 SF_6 120 cc/分、 H_2 500 cc/分、 O_2 100 cc/分に切換えた。この管に外径2.3 mmφの純石英ガラスロッドを挿入した。

上記ロッドは実施例1と同様の方法で作製されたもので、実施例1と同様に特別な化学洗浄

等の前処理は行われなかつた。石英管の一方の端を酸水素バーナで溶着して封じた後、実施例1と同様のガス条件にて、8 mm/分の移動速度で移動する酸水素バーナにて温度2120℃に加熱し中実化した。

作製されたブリフオームは、さらに外径25 mmの、フッ素添加され、屈折率は前段階(出発時)に用いた管とは同じ $n=0.31\%$ の石英管にてジャケットされ、コア/クラッド径比が8/125になるよう調整後、融引きしファイバ化された。

得られたファイバの伝送損失は波長1.3 μm において0.43 dB/mという低損失な値が得られた。

比較のために、中実化時のコアとクラッドの間隙を O_2 ガス雰囲気とした以外は実施例2と同様の条件で作製したブリフオームより得られた光ファイバは、OH基の吸収損失が波長124 μm において8 dB/mと大きく、波長1.3 μm における伝送損失は5.7 dB/mと実施例2に比

べ非常に大きかつた。

(発明の効果)

以上の説明および実施例の結果から明らかなように、本発明の方法は、低損失な長波長帯用シングルモードファイバを、ロッドイシチューブ法においても製造可能とするに加え、製造コストも低減できる産業上有利な方法である。

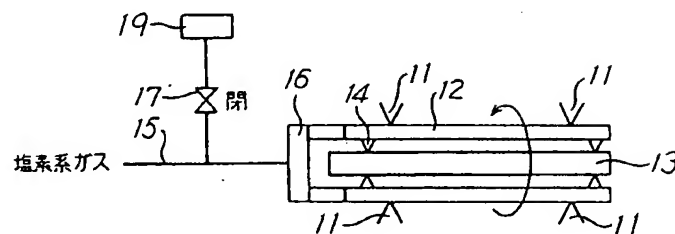
4. 図面の簡単な説明

第1図(a)および(b)は、本発明の実施態様を概略説明する図である。

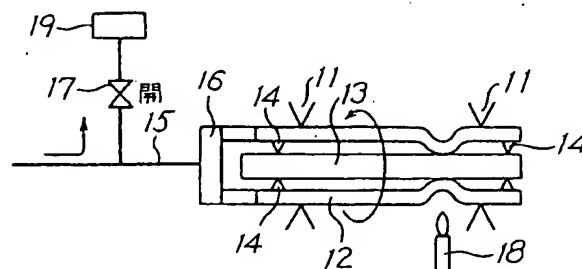
代理人 内 田 明

代理人 萩 原 亮 一

第1図(a)



第1図(b)



第 1 頁の続き

⑦発 明 者 弾 塚 俊 雄 横浜市戸塚区田谷町 1 番地 住友電気工業株式会社横浜製
作所内